

09/700566

PCT/JP00/01587

REC'D 09 MAY 2000

15.03.00

WPO

PCT

日本国特許

PATENT OFFICE

JAPANESE GOVERNMENT

JP00/01587

別紙添付の書類に記載されている事項は下記の出願書類に記載されて
いる事項と同一であることを証明する。

This is to certify that the annexed is a true copy of the following application as filed
with this Office.

出願年月日

Date of Application:

1999年 3月19日

出願番号

Application Number:

平成11年特許願第074807号

出願人

Applicant(s):

住友特殊金属株式会社

乙

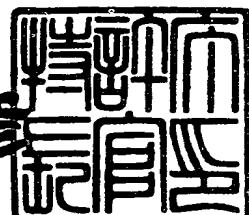
**PRIORITY
DOCUMENT**

SUBMITTED OR TRANSMITTED IN
COMPLIANCE WITH RULE 17.1(a) OR (b)

2000年 4月21日

特許庁長官
Commissioner,
Patent Office

近藤 隆彦



出証番号 出証特2000-3027907

【書類名】 特許願

【整理番号】 SS099035

【提出日】 平成11年 3月19日

【あて先】 特許庁長官 殿

【国際特許分類】 C22C 38/08

【発明の名称】 疲労特性に優れたマルエージング鋼およびその製造方法

【請求項の数】 2

【発明者】

【住所又は居所】 大阪府吹田市南吹田2丁目19番1号 住友特殊金属株式会社 吹田製作所内

【氏名】 植田 雅巳

【特許出願人】

【識別番号】 000183417

【氏名又は名称】 住友特殊金属株式会社

【代理人】

【識別番号】 100101395

【弁理士】

【氏名又は名称】 本田 龍雄

【電話番号】 06-6328-8200

【手数料の表示】

【予納台帳番号】 040017

【納付金額】 21,000円

【提出物件の目録】

【物件名】 明細書 1

【物件名】 図面 1

【物件名】 要約書 1

【ブルーフの要否】 要

【書類名】 明細書

【発明の名称】 疲労特性に優れたマルエージング鋼およびその製造方法

【特許請求の範囲】

【請求項1】 化学組成が重量%で、

C : 0.01%以下、

Ni : 8~19%、

Co : 8~20%、

Mo : 2~9%、

Ti : 0.1~2%、

Al : 0.15%以下、

N : 0.003%以下、

O : 0.0015%以下

を含み残部実質的にFeよりなり、Ti成分偏析比およびMo成分偏析比が各々

1.3以下である疲労特性に優れたマルエージング鋼。

【請求項2】 請求項1に記載した成分を有する鋼の鋳造片を鍛錬比4以上で熱間鍛造し、次いで1100~1280℃の温度範囲で保持するソーキング処理を1回または2回以上行い、ソーキング処理の合計時間を10~100hrとする疲労特性に優れたマルエージング鋼の製造方法。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明が属する技術分野】

本発明は疲労特性に優れるマルエージング鋼とその製造方法に関する。

【0002】

【従来の技術】

マルエージング鋼は、極低炭素-Niあるいは極低炭素-Ni-Coからなる韌性に富んだマルテンサイト母相に、TiあるいはMo等の金属間化合物を析出させることにより強化を図った鋼で、韌性に富み、高い強度を有する。しかも溶接性が良好で、熱処理による寸法変化が小さいなど今までになかった種々の特長を有する。このため、宇宙開発、海洋開発、原子力利用分野、航空機関係、自動

車両関係等の先端的技術分野の構造部材から、圧力容器、工具、押し出し用ラム、ダイス等の多岐の分野にわたり広範な用途への適用が試みられている。

【0003】

しかしながら、マルエージング鋼はその高強度と強化機構に起因して以下のような問題をかかえている。すなわち高強度になると材料中の非金属介在物に敏感になり、その応力集中によって疲労強度が低下し、引いては耐久性が劣化する傾向がある。

【0004】

そこで、かかる問題を解決するため、NやOを低減規制することにより非金属介在物清浄度を向上させ、これによって疲労破壊の起点となる非金属介在物の量を低減し、疲労特性の改善が図られている。

【0005】

【発明が解決しようとする課題】

上記の技術により、ある程度の耐久性の向上が図られたが、近年、機械や構造物の使用条件が過酷になり、材料の強度特性に対する要求が厳しくなってきており、機械機器や構造物の長期安定性を保証するため、耐久性のより一層の向上を図るべく、優れた疲労特性を有するマルエージング鋼の開発が要望されるに至っている。

【0006】

本発明はかかる問題に鑑みなされたものであり、従来に比して優れた疲労特性を有するマルエージング鋼およびその製造方法を提供するものである。

【0007】

【課題を解決するための手段】

本発明者は、マルエージング鋼の化学組成のうち、TiとMoが偏析しやすいことに着目し、鋳造の際に生じた成分偏析が熱間加工や熱処理で除去されない場合、バンド組織が発生し、時効処理後にバンド組織内外で強度が異なるようになるため、成分偏析が疲労特性の向上を妨げているのではないかとの着想を基に鋭意研究した結果、本発明を完成するに至った。

【0008】

すなわち、請求項1に記載した本発明のマルエージング鋼は、化学組成が重量%で、

C : 0.01%以下、

Ni : 8~19%、

Co : 8~20%、

Mo : 2~9%、

Ti : 0.1~2%、

Al : 0.15%以下、

N : 0.003%以下、

Others : 0.0015%以下

を含み残部実質的にFeよりなり、Ti成分偏析比およびMo成分偏析比が各々1.3以下とされたものである。

【0009】

本発明のマルエージング鋼の成分限定理由は以下のとおりである。

C : 0.01%以下

Cは炭化物を形成し、金属間化合物の析出量を減少させて疲労強度を低下させるため少ないほど好ましく、本発明では0.01%以下、好ましくは0.005%以下に止める。

【0010】

Ni : 8~19%

Niは韌性の高い母相組織を形成させるためには不可欠の元素であり、8%未満では過少で韌性が劣化する。一方、過多に添加すると母相にマルテンサイト以外にオーステナイトが生じるようになり強度が低下する。このため、Ni含有範囲の下限を8%、好ましくは12%、より好ましくは16%とし、その上限を19%とする。

【0011】

Co : 8~20%

CoはMoを含む金属間化合物の析出を促進し、強度を向上させる。8%未満では強度低下を生じ、一方20%を越えて添加すると韌性が低下する。このため

、C○含有範囲の下限を8%とし、その上限を20%、好ましくは15%とする。

【0012】

M○：2～9%

M○は時効処理によって Fe_2Mo 、 Ni_3Mo を析出し、鋼の強化に有効な元素である。その含有量が2%未満では強化が不十分となり、一方9%を越えると鋼中のミクロ偏析が増大し、韌性を低下させる。したがってM○含有範囲の下限を2%、好ましくは3%とし、その上限を9%、好ましくは6%とする。

【0013】

Ti：0.1～2%

Tiは時効処理によって Ni_3Ti 、 $Ni-Ti$ を析出して、M○と同様鋼の強化に有効な元素である。その含有量が0.1%未満では強化が不十分となるため、Ti含有範囲の下限を0.1%、好ましく0.3%とする。一方、2%を超えると鋼中のミクロ偏析の増大が顕著となり、韌性と疲労強度を低下させる。しかもTi(C, N)系非金属介在物が増加し、耐久性を劣化させる。したがって、Ti含有範囲の上限を2%、好ましくは1.2%とする。

【0014】

Al：0.15%以下

Alは脱酸に有効であるが、0.15%を超えるとアルミナ系酸化物が多くなり、耐久性を低下させるので、上限を0.15%とする。

【0015】

N：0.003%以下

Nは疲労強度に悪影響を与える有害元素で、0.003%以下に低減することが重要である。0.003%を超えると、主にTiNが急激に増加し、しかもこれが点列状となるため、疲労強度は著しく低下する。疲労強度に対してはNが少ないほど有利であり、好ましくは0.002%以下、より好ましくは0.001%以下とすることで耐久性がより一段と向上する。

【0016】

O：0.0015%以下

○は酸化物系非金属介在物を形成し、0.0015%以下と低くすることが重要である。0.0015%を超えると疲労強度が著しく低下する。疲労強度に対しては○が少ないほど有利であり、好ましくは0.0010%以下とすることにより耐久性が更に改善される。

【0017】

なお、不純物であるSi、Mnはいずれも SiO_2 、MnO、MnS等の非金属介在物を形成し、疲労強度を低下させるので、少ない程好ましく、それぞれ0.05%以下、好ましくは0.02%以下に止めるのがよい。また、P、Sについても、粒界脆化や非金属介在物形成のために疲労強度を低下させるので、少ない程好ましく、それぞれ0.01%以下、好ましくは0.002%以下に止めるのがよい。

【0018】

本発明のマルエージング鋼は上記化学組成を有し、その母相は実質的にマルテンサイト単相からなるものであるが、さらに組織中のTi成分偏析比およびMo成分偏析比は各々1.3以下とされる。化学組成の内、TiとMo、特にTiは偏析しやすく、鋳造の際に生じた成分偏析が熱間加工や熱処理で除去されない場合、バンド組織が発生し、時効処理後にバンド組織内外で強度が大きく変動する。特に製品板厚が0.5mm以下の薄板となるとバンド組織は顕著になり、その悪影響が著しくなる。このためバンド組織の境界部が疲労破壊の起点となり、疲労強度が低下する。この場合、後述の実施例から明らかなどおり、Ti、Moの成分偏析比が各々1.3を越えると急激に疲労強度が低下する。従って、本発明ではTi、Moの成分偏析比の各々の上限を1.3、好ましくは1.2とする。この偏析比は小さいほど疲労強度が上昇する。本発明でいうTi、Moの成分偏析比とは、マルエージング鋼材の厚さ方向におけるTi、Moの最小濃度に対する最大濃度の比（最大濃度／最小濃度）を意味する。具体的には、鋼材の形態として、板、管など種々の形態があるが、それらの鋼材の厚さ方向におけるTi、Moの成分偏析比を意味する。なお、Ti、Mo以外の成分も偏析するが、顕著な成分偏析が生じるTi、Moの成分偏析比を所定の値に抑えることで、Co等の他の成分も問題のない範囲に止まるため、本発明ではTi、Moの成分偏析比

のみを規定している。

【0019】

本発明のマルエージング鋼の製造方法は、請求項2に記載したとおり、前記化学成分を有する鋼の鋳造片を鍛練比4以上で熱間鍛造し、次いで1100～1280℃の温度範囲で保持するソーキング処理を1回または2回以上行い、ソーキング処理の合計時間を10～100hrとするものである。

【0020】

後述の実施例から明らかなように、前記熱間鍛造の鍛練比(鍛造前断面積/鍛造後断面積)を4以上とするのは、適切なソーキング条件の下でも鍛練比が4未満ではTi、Moの偏析ピーク間の距離が大きく、拡散によって十分に平滑化できなくなるようになるため、Ti、Moの成分偏析比を1.3以下にすることが困難になるからである。また、ソーキング温度が1100℃未満あるいはソーキング時間の合計が10hr未満では適切な鍛練比の下でも所定のTi、Moの成分偏析比が得られないようになる。一方、ソーキング温度が1280℃超あるいはソーキング時間の合計が100hr超になると、結晶の粗大化が著しく、結晶粒度番号が8未満になり、疲労強度が著しく低下するようになる。これより、ソーキング温度の下限を1100℃、好ましくは1180℃とし、その上限を1280℃、好ましくは1250℃とする。また、ソーキング処理の合計時間の下限を10hr、好ましくは20hrとし、その上限を100hr、好ましくは72hrとする。

【0021】

この製造方法によると、特殊な設備を用いることなく、鍛造設備、焼純炉等の通常の設備により、所定の鍛練比、ソーキング条件の下で熱間鍛造、ソーキングを実施することにより、1.3以下のTi、Moの成分偏析比を有するマルエージング鋼を容易に製造することができる。なお、鋳造片を熱間鍛造し、ソーキングした後の鋼片は、適宜、熱間圧延や冷間圧延が施されて製品板厚に加工される。

【0022】

【実施例】

下記表1の化学成分の鋼を溶製し、その鋳造片（1000kgf）を表2および表3の製造条件に従って熱間鍛造し、さらに必要に応じてソーキングした後、熱間圧延および冷間圧延を施して板厚0.3mmの薄板に加工した。この薄板から圧延方向に沿って長さ100mm、幅10mmの試験片を採取し、820°C×1hrの溶体化処理を行い、480°C×4hrの時効処理を施した後、450°C×6hrのNH₃ガス窒化処理を施した。

【0023】

こうして得られた試料を用いて、Ti、Moの成分偏析比を調べた。成分偏析比は、各試料の板厚方向にEPMAで線分析することによりTi、Mo濃度の最大値と最小値とを測定し、その比（最大値／最小値）を算出した。なお、板厚表層30μmは窒化層が存在するので、その部分を除いてX線を走査させた。

【0024】

また、各試料に対し、圧延方向（長さ方向）に沿った断面を光学顕微鏡観察（400倍）し、JISG0511鋼のオーステナイト結晶粒度試験方法に従って結晶粒度番号を測定した。

【0025】

また、各試料を用いて疲労特性を評価した。疲労特性の評価は、繰り返し応力30kgf/mm²一定のもとで片振り試験を行い、試験片が破壊するまでの繰り返し回数（N）を求め、これによって評価した。これらの調査結果を表2および表3に併せて示す。なお、Ti成分偏析比を算出するに際して用いた試料のEPMA分析結果の一例を図7、図8に示す。図7は発明例（試料No.27）であり、図8は比較例（試料No.21）である。

【0026】

【表1】

鋼種 No.	化 学 成 分 (mass %、残部: 実質的にFe)								備 考
	C	Ni	Co	Mo	Ti	Al	N	O	
A	0.003	15.3	18.7	2.2	1.93	0.06	0.0026	0.0011	発明成分
B	0.006	12.7	16.1	3.8	2.75	0.15	0.0005	0.0005	比較成分
C	0.005	12.8	17.6	4.1	1.71	0.13	0.0022	0.0010	発明成分
D	0.005	9.1	18.5	4.2	2.51	0.07	0.0010	0.0014	比較成分
E	0.008	18.8	8.2	3.4	0.55	0.15	0.0012	0.0012	発明成分
F	0.009	7.4	10.7	3.7	0.42	0.15	0.0009	0.0008	比較成分
G	0.004	8.7	12.2	4.8	1.28	0.08	0.0019	0.0011	発明成分
H	0.008	17.6	23.4	3.5	0.13	0.12	0.0006	0.0009	比較成分
I	0.007	15.8	15.4	8.4	0.83	0.07	0.0010	0.0005	発明成分
J	0.003	15.2	14.8	10.4	1.16	0.04	0.0010	0.0010	比較成分

(注) 下線成分—発明範囲外

【0027】

【表2】

試料 No	鋼種 No	鍛錬 比	ソーキング条件		Ti成分 偏析比	Mo成分 偏析比	結晶 粒度 番号	繰り返し 回数 N	備考
			温度 ℃	時間 hr					
1	A	2.1	1100	10	1.66	1.41	9	7.9×10^6	比較例
2	"	3.3	"	"	1.44	1.36	10	8.5×10^6	"
3	"	4.2	"	"	1.28	1.25	10.5	1.1×10^7	発明例
4	"	5.5	"	"	1.15	1.13	10.5	1.2×10^7	"
5	"	7.2	"	"	1.08	1.05	11	1.3×10^7	"
6	B	6.8	"	"	1.73	1.56	11	5.6×10^7	比較例
11	C	4.0	1000	20	1.62	1.60	11	5.9×10^6	"
12	"	"	1050	"	1.59	1.56	11	6.4×10^6	"
13	"	"	1100	"	1.30	1.28	11	1.1×10^7	発明例
14	"	"	1150	"	1.28	1.26	10.5	1.1×10^7	"
15	"	"	1200	"	1.23	1.23	10.5	1.1×10^7	"
16	"	"	1250	"	1.20	1.20	9.5	1.1×10^7	"
17	"	"	1280	"	1.18	1.17	8	1.2×10^7	"
18	"	"	1300	"	1.18	1.15	7.5	7.1×10^6	比較例
19	D	"	1280	"	1.57	1.17	10	4.9×10^7	"
21	E	4.0	1000	72	1.55	1.50	10.5	8.8×10^6	"
22	"	"	1050	"	1.39	1.37	10.5	9.0×10^6	"
23	"	"	1100	"	1.28	1.25	10	1.1×10^7	発明例
24	"	"	1150	"	1.25	1.21	9.5	1.1×10^7	"
25	"	"	1200	"	1.21	1.18	9	1.2×10^7	"
26	"	"	1250	"	1.16	1.12	8.5	1.2×10^7	"
27	"	"	1280	"	1.13	1.10	8	1.3×10^7	"
28	"	"	1300	"	1.12	1.10	7.5	1.3×10^7	比較例
29	F	"	1200	"	1.07	1.06	9	2.4×10^7	"

【0028】

【表3】

試料No	鋼種No	鍛練比	ソーキング条件		Ti成分偏析比	Mo成分偏析比	結晶粒度番号	繰り返し回数N	備考
			温度℃	時間hr					
31	G	4.0	1100	0	1.57	1.55	11	8.5×10^6	比較例
32	"	"	"	5	1.37	1.35	11	1.5×10^7	"
33	"	"	"	10	1.29	1.26	10.5	1.2×10^9	発明例
34	"	"	"	24	1.27	1.25	10	1.2×10^9	"
35	"	"	"	48	1.26	1.23	9	1.1×10^9	"
36	"	"	"	72	1.26	1.22	8.5	1.1×10^9	"
37	H	"	"	100	1.07	1.06	9.5	6.4×10^7	比較例
41	I	4.0	1280	5	1.36	1.42	10	8.2×10^8	"
42	"	"	"	10	1.26	1.30	9.5	1.3×10^9	発明例
43	"	"	"	24	1.23	1.24	9.5	1.2×10^9	"
44	"	"	"	48	1.19	1.21	9	1.1×10^9	"
45	"	"	"	72	1.11	1.15	8.5	1.1×10^9	"
46	"	"	"	100	1.07	1.10	8	1.1×10^9	"
47	"	"	"	120	1.07	1.10	7.5	7.6×10^8	比較例
48	J	"	"	48	1.24	1.31	8.5	5.3×10^8	"

【0029】

表2および表3より、発明例は、すべて繰り返し回数が 1×10^9 回以上であり、優れた疲労特性を有していることがわかる。試料No. 21～27について、Ti成分偏析比と疲労試験の繰り返し回数との関係を整理したグラフを図1に示すが、これよりTi成分偏析比が1.3以下で、疲労特性が急速に向上することがわかる。Moについても同様の傾向が認められる。

【0030】

また、発明成分である鋼種Aを用い、熱間鍛造後に1100℃で10hrのソーキングを施した試料No. 1～5につき、鍛練比とTi成分偏析比との関係を整理したグラフを図2に示す。これより、Ti成分偏析比は鍛練比の増大に伴い減少し、鍛練比を4以上にすることで、Ti成分偏析比が1.3以下になることがわかる。Moについても同様である。

【0031】

また、発明成分である鋼種Cを用い、鍛練比4で熱間鍛造後に保持時間を20 hrとして種々のソーキング温度条件でソーキングを施した試料No. 11~18について、ソーキング温度とTi成分偏析比との関係を整理したグラフを図3に示す。これより、Ti成分偏析比はソーキング温度の増大に伴い減少し、ソーキング温度を1100°C以上にすることで、Ti成分偏析比が1.3以下になることがわかる。Moについても同様である。

【0032】

同様に、発明成分である鋼種Eを用い、鍛鍊比を4、ソーキング時間を72 hrとして種々のソーキング温度でソーキングを施した試料No. 21~28について、ソーキング温度と結晶粒度番号の関係を整理したグラフを図4に示す。これより、結晶粒度番号はソーキング温度の増大に伴い減少(すなわち結晶は粗大化)し、ソーキング温度が1280°Cを超えると結晶粒度番号は8未満になるとことがわかる。試料No. 28から明らかなように、結晶粒度番号が8未満になると疲労強度が著しく低下する。なお、試料No. 21、22は、結晶粒度は良好であるが、ソーキング温度が低いために、適正なTi成分偏析比が得られていない。

【0033】

また、発明成分である鋼種Gを用い、鍛練比4で熱間鍛造後にソーキング温度を1100°Cとして種々のソーキング時間でソーキングを施した試料No. 31~36について、ソーキング時間とTi成分偏析比との関係を整理したグラフを図5に示す。これより、Ti成分偏析比はソーキング時間の増大に伴い減少し、ソーキング時間を10 hr以上にすることで、Ti成分偏析比が1.3以下になることがわかる。Moについても同様である。

【0034】

同様に、発明成分である鋼種Iを用い、鍛鍊比を4、ソーキング温度を1280°Cとして種々のソーキング時間でソーキングを施した試料No. 41~47について、ソーキング時間と結晶粒度番号の関係を整理したグラフを図6に示す。これより、結晶粒度番号はソーキング時間の増大に伴い減少し、ソーキング時間が100 hrを超えると結晶粒度番号は8未満になり、試料No. 47から明らかな

ように疲労強度が著しく低下することがわかる。

【0035】

【発明の効果】

以上説明したとおり、本発明のマルエージング鋼によれば、化学成分をNおよびOが規制された所定成分とし、かつTi、Moの成分偏析比を各々1.3以下に規制したので、非金属介在物清浄度が向上するとともに成分偏析も抑制され、疲労破壊の起点となる非金属介在物やミクロ的な強度差の発生が抑制、防止されたため優れた疲労特性を備えたものとなる。また、本発明の製造方法によれば、上記マルエージング鋼を通常の設備を用いて容易に製造することができ、生産性に優れる。

【図面の簡単な説明】

【図1】

実施例におけるTi成分偏析比と疲労特性（繰り返し回数）との関係を示すグラフである。

【図2】

実施例における鍛練比とTi成分偏析比との関係を示すグラフである。

【図3】

実施例におけるソーティング温度とTi成分偏析比との関係を示すグラフである

【図4】

実施例におけるソーティング温度と結晶粒度番号との関係を示すグラフである。

【図5】

実施例におけるソーティング時間とTi成分偏析比との関係を示すグラフである

【図6】

実施例におけるソーティング時間と結晶粒度番号との関係を示すグラフである。

【図7】

発明例における板厚方向のTi濃度分布の一例を示すグラフである。

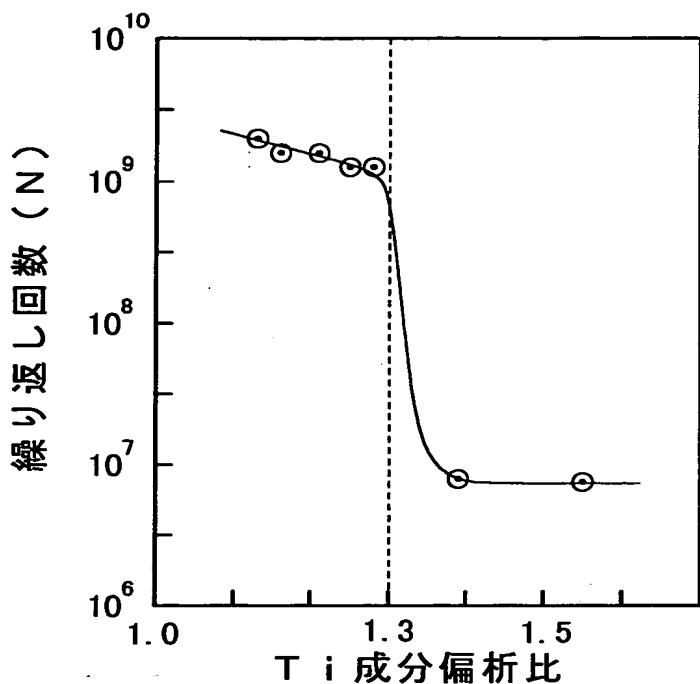
【図8】

特平11-074807

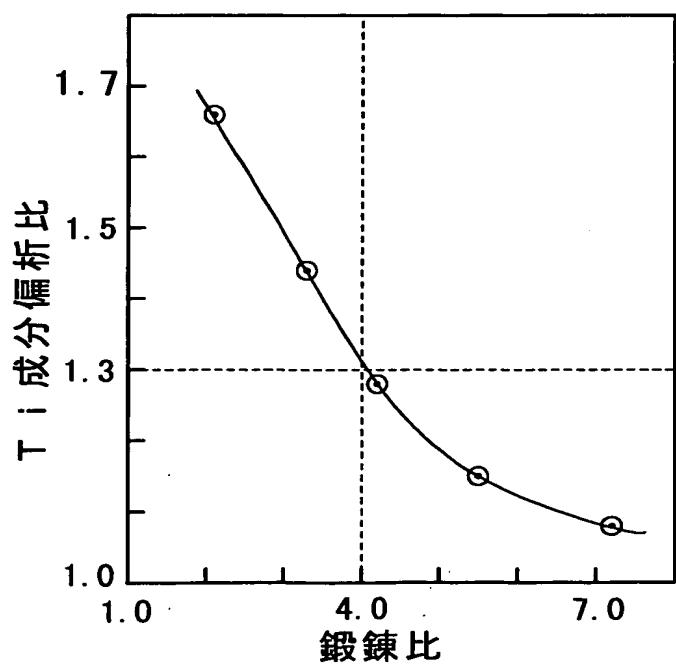
比較例における板厚方向のTi濃度分布の一例を示すグラフである。

【書類名】 図面

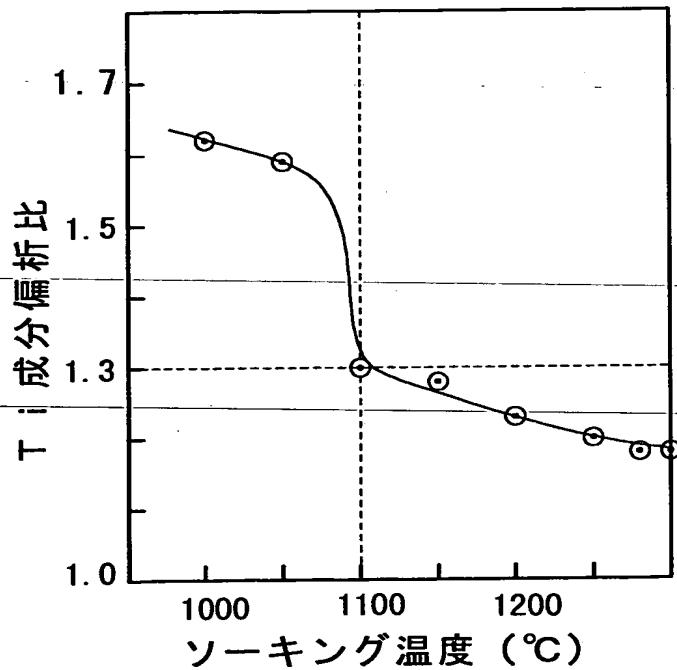
【図1】



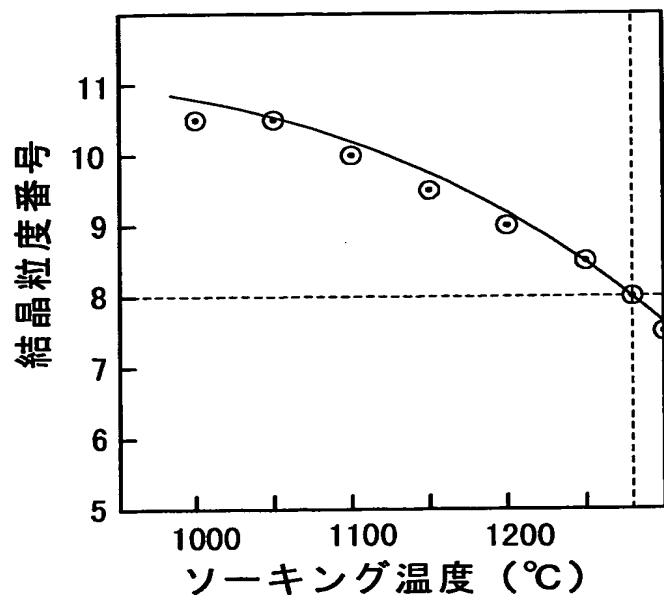
【図2】



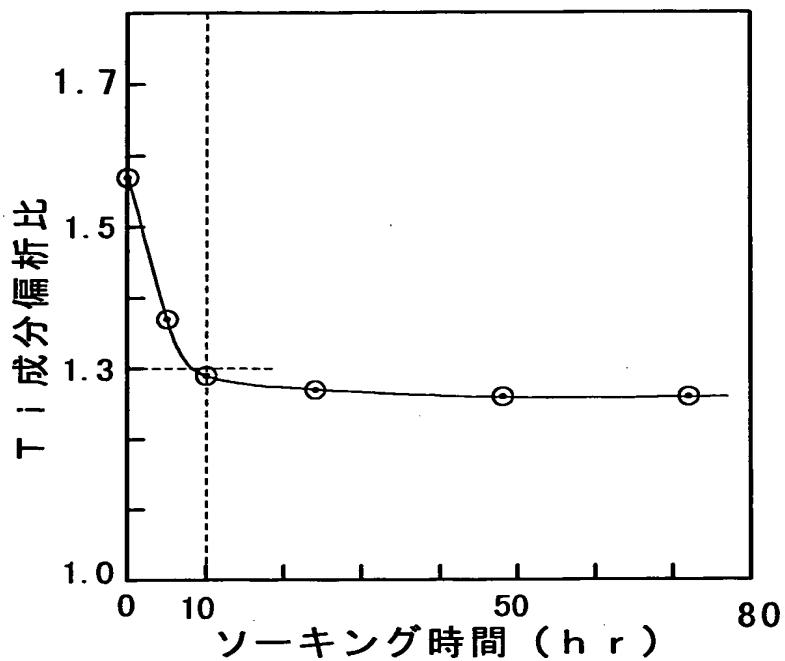
【図3】



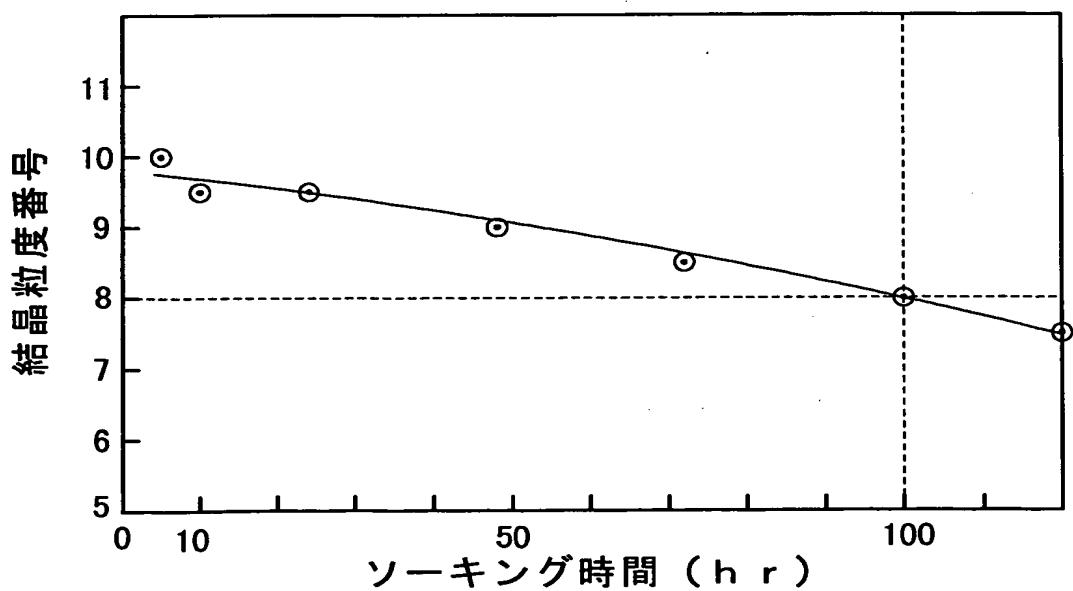
【図4】



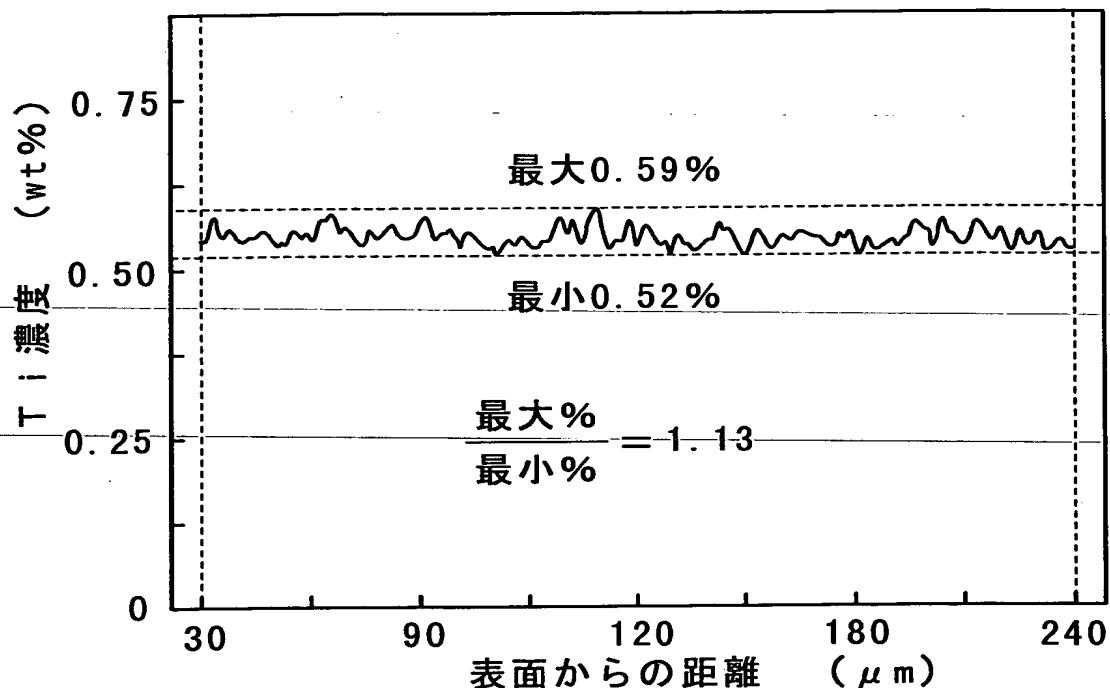
【図5】



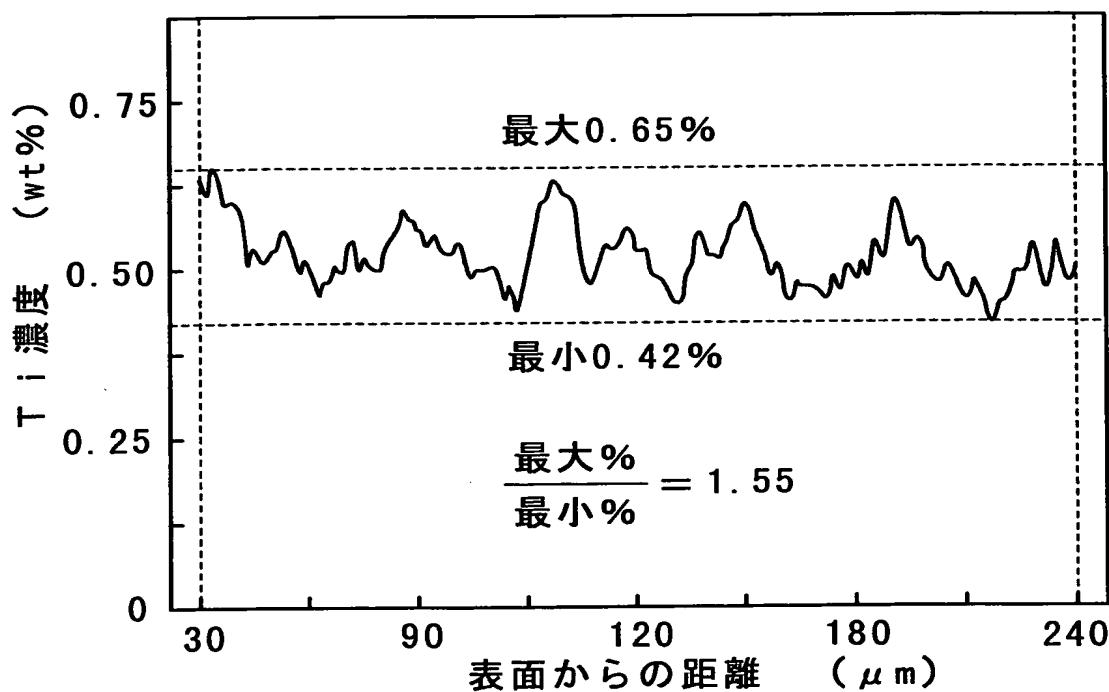
【図6】



【図7】



【図8】



【書類名】 要約書

【要約】

【課題】 従来に比して優れた疲労特性を有するマルエージング鋼およびその製造方法を提供する。

【解決手段】 本発明のマルエージング鋼は、化学組成が重量%で、C: 0.01%以下、Ni: 8~19%、Co: 8~20%、Mo: 2~9%、Ti: 0.1~2%、Al: 0.15%以下、N: 0.003%以下、O: 0.0015%以下を含み残部実質的にFeよりなり、TiおよびMoの成分偏析比が1.3以下とされたものである。本発明のマルエージング鋼は、前記成分を有する鋼の鋳造片を鍛錬比4以上で熱間鍛造し、次いで1100~1280°Cの温度範囲で保持するソーティング処理を1回または2回以上行い、ソーティング処理の合計時間を10~100hrとすることにより製造される。

【選択図】 図1

認定・付加情報

特許出願の番号 平成11年 特許願 第074807号
受付番号 59900253445
書類名 特許願
担当官 東海 明美 7069
作成日 平成11年 4月12日

〈認定情報・付加情報〉

【特許出願人】

【識別番号】 000183417
【住所又は居所】 大阪府大阪市中央区北浜4丁目7番19号
【氏名又は名称】 住友特殊金属株式会社
【代理人】 申請人
【識別番号】 100101395
【住所又は居所】 大阪府大阪市東淀川区東中島1丁目18番27号
新大阪丸ビル新館6階
【氏名又は名称】 本田 ▲龍▼雄

次頁無

出願人履歴情報

識別番号 [000183417]

1. 変更年月日 1990年 8月13日

[変更理由] 新規登録

住 所 大阪府大阪市中央区北浜4丁目7番19号

氏 名 住友特殊金属株式会社